

# Получение органо-неорганических перовскитов $\text{CH}_3\text{NH}_3\text{PbX}_3$ ( $\text{X}=\text{Cl}, \text{Br}, \text{I}$ ) для солнечной энергетики

Мазурин М.О.<sup>1</sup>,

Научный руководитель: Цветков Д.С.<sup>2</sup>, к.х.н, доцент

Институт естественных наук и математики, Уральский федеральный университет

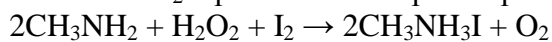
<sup>1</sup>zmaxzik@yandex.ru; <sup>2</sup>dmitry.tsvetkov@urfu.ru

В последнее время все больше исследователей новых материалов для солнечной энергетики обращают свое внимание на органо-неорганические галогениды со структурой перовскита. Пленки, полученные из данных веществ, обладают превосходными фотоэлектрическими характеристиками и более низкой себестоимостью, в отличие от классических полупроводниковых материалов. К таким веществам принадлежит, в частности, семейство галогенидов  $\text{CH}_3\text{NH}_3\text{PbX}_3$  ( $\text{X} = \text{Cl}, \text{Br}, \text{I}$ ). Однако для пленочных материалов невозможно изучить некоторые фундаментальные параметры, например, термодинамические характеристики соединения. Для проведения такого рода исследований необходима разработка методик синтеза данных соединений в объемной фазе. В данной работе рассматривались три метода получения гибридных перовскитов: кристаллизацией из раствора, замещением растворителя и ампульным синтезом. Исходными компонентами для каждого являлись галогениды свинца и метиламмония.

Галогениды метиламмония были получены сливанием водного раствора метиламина (х.ч.), соляной кислоты (ос.ч.) и бромоводородной кислоты (х.ч.) при охлаждении ( $\sim 0^\circ\text{C}$ ) и постоянном перемешивании с последующим упариванием растворов:



Иодид метиламмония был получен при охлаждении ( $\sim 0^\circ\text{C}$ ) действием разбавленного раствора метиламина на кристаллический  $\text{I}_2$  в разбавленном растворе  $\text{H}_2\text{O}_2$ :



Полученные порошки солей метиламмония перекристаллизовывали из этанола и высушивали под вакуумом при нагревании ( $\sim 100^\circ\text{C}$ ).

Для получения галогенидов свинца использовались трехводный уксуснокислый свинец (х.ч.) и соответствующие галогениды калия:



Полученные осадки промывали путем трехкратного декантирования холодной водой, после чего кипятили в ледяной уксусной кислоте для удаления нежелательных примесей гидроксогоалогенидов. Осадки отфильтровали и высушивали в вакууме при  $100^\circ\text{C}$  в течение 12 часов.

Для получения органо-неорганических перовскитов использовали соответствующие галогениды метиламмония и свинца. Исходные компоненты, взятые в стехиометрическом соотношении при нагревании и перемешивании, растворяли в полярных апротонных растворителях. Полученные растворы упаривали при  $85-90^\circ\text{C}$  до выпадения кристаллов, затем порошки промывали на фильтре горячим растворителем и высушивали в вакууме при нагревании ( $\sim 100^\circ\text{C}$ ) в течение 6-8 часов. В качестве растворителей использовали диметилсульфоксид (ДМСО), N,N-диметилформамид (ДМФА).

Было установлено, что антирастворителем для  $\text{CH}_3\text{NH}_3\text{PbX}_3$  ( $\text{X} = \text{Cl}, \text{Br}$ ) является диэтиловый эфир. За счет интенсивного испарения диэтилового эфира, методом замещения растворителя через газовую фазу были выращены монокристаллы. Также гораздо меньшей растворимостью обладают гибридные перовскиты  $\text{CH}_3\text{NH}_3\text{PbX}_3$  ( $\text{X} = \text{Br}, \text{I}$ ) в ацетонитриле.

Альтернативным методом получения также является ампульный синтез. В сухом перчаточном боксе в атмосфере аргона производилось взвешивание исходных компонентов в специальные ампулы, которые запаивали под вакуумом, после чего производился обжиг при температуре  $150-200^\circ\text{C}$  в течение 48 часов.

Фазовый состав образцов на всех стадиях синтеза контролировали методом рентгенофазового анализа на дифрактометре ShimadzuXRD-7000 в  $\text{CuK}\alpha$ -излучении.